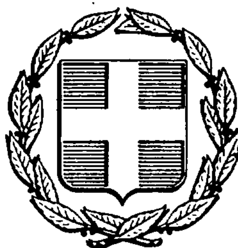


ΕΦΗΜΕΡΙΣ ΤΗΣ ΚΥΒΕΡΝΗΣΕΩΣ
ΤΗΣ ΕΛΛΗΝΙΚΗΣ ΔΗΜΟΚΡΑΤΙΑΣ

ΑΘΗΝΑ 27 ΙΑΝΟΥΑΡΙΟΥ 1986 | ΤΕΥΧΟΣ ΔΕΥΤΕΡΟ | ΑΡΙΘΜΟΣ ΦΥΛΛΟΥ 13

ΥΠΟΥΡΓΙΚΕΣ ΑΠΟΦΑΣΕΙΣ & ΕΓΚΡΙΣΕΙΣ

Αριθ. 615/85

Συμπλήρωση του Κεφαλαίου Δ' του Β' μέρους του Κώδικα Τροφίμων, Ποτών και Αντικειμένων Κοινής χρήσης, με παράγραφο Δ33, σε συμμόρφωση με την Οδηγία 81/712/ΕΟΚ της 28ης Ιουλίου 1981 «περί καθορισμού των Κοινοτικών μεθόδων ανάλυσης για τον έλεγχο κριτηρίων καθαρότητας ορισμένων προσθέτων υλών που χρησιμοποιούνται στα τρόφιμα». Ν. 257/1, 10.9.81.

ΓΕΝΙΚΟ ΧΗΜΕΙΟ ΚΡΑΤΟΥΣ
ΑΝΩΤΑΤΟ ΧΗΜΙΚΟ ΣΥΜΒΟΥΛΙΟ

Έχοντας υπόψη :

1. Το έγγραφο του Γεν. Χημείου του Κράτους αριθ. ΟΙΚ. 18290/3519/84.

2. Το εδάφιο δ' της παρ. 8 του άρθρου 6 του Νόμου 4328/1929 (ΦΕΚ 272/ΤΑ/13.8.1929») «περί συστάσεως του Γενικού Χημείου του Κράτους, όπως τροποποιήθηκε και συμπληρώθηκε με τον Α.Ν. 754/1937 (αρ. 3 παρ. 2 και 3), ΦΕΚ 247/ΤΑ/28.6.1937.

3. Το άρθρο 4 του Διατάγματος της 31ης Οκτωβρίου 1929 «περί κανονισμού της λειτουργίας και των εργασιών του Ανωτάτου Χημ. Συμβουλίου (ΦΕΚ : 391/ΤΑ/31.10. 1929).

4. Το Νόμο 115'1975 «περί τροποποιήσεως διατάξεων τινων του Ν. 4328/1929 (ΦΕΚ 172/ΤΑ/20.8.1975).

5. Την απόφαση των Υπουργών Προεδρίας και Οικονομικών για αναμόρφωση συλλογικών οργάνων Γνωμοδοτικής και Αποφασιστικής αρμοδιότητας του Υπουργείου Οικονομικών αρ. 0.208/181, ΦΕΚ 214/ΤΒ/82.

6. Το άρθρο 1 παρ. 1 και 3 του Ν. 1338/83 (ΦΕΚ 34/ΤΑ/83) «περί εφαρμογής του Κοινοτικού δικαίου», όπως τροποποιήθηκε με το άρθρ. 6 του Ν. 1440/84 (ΦΕΚ 70/ΤΑ'1984) «περί συμμετοχής της Ελλάδας στο κεφάλαιο, στα αποθεματικά και στίς προβλέψεις της Ευρωπαϊκής Τράπεζας Επενδύσεων κ.λ.π.», αποφασίζουμε :

Εγκρίνουμε την συμπλήρωση του Κεφαλαίου Δ του Β' μέρους του Κώδικα Τροφίμων, Ποτών και Αντικειμένων κοινής χρήσης (Επίσημοι μέθοδοι εξέτασης Τροφίμων και Ποτών), με παράγραφο Δ33, με σκοπό τη συμμόρφωση προς την Οδηγία 81/712/ΕΟΚ της 28ης Ιουλίου 1981, Ν. 257/1, 10.9.81. Τα Παραρτήματα Ι και ΙΙ της Οδηγίας 81/712/ΕΟΚ ενσωματώνονται στην παρούσα απόφαση και αποτελούν αναπόσπαστο μέρος αυτής, ως εξής :

Δ33 «Μέθοδοι Ανάλυσης για τον Έλεγχο των Κριτηρίων Καθαρότητας Ορισμένων Πρόσθετων Υλών που χρησιμοποιούνται στα Τρόφιμα».

Για τις αναλύσεις που είναι αναγκαίες για τον έλεγχο των γενικών και ειδικών κριτηρίων καθαρότητας ορισμένων προσθέτων υλών, χρησιμοποιούνται οι μέθοδοι που περιγράφονται στο Παράρτημα ΙΙ και υπάγονται στο πεδίο εφαρμογής του παραρτήματος Ι.

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Ι

Πεδίο Εφαρμογής των μεθόδων ανάλυσης για τον Έλεγχο των κριτηρίων καθαρότητας ορισμένων πρόσθετων υλών που χρησιμοποιούνται στα τρόφιμα

Ι. Εισαγωγή

ΙΙ. Χρωστικές ύλες.

ΙΙ.1. Προσδιορισμός των ουσιών που μπορούν να ληφθούν κατόπιν εκχυλίσεως με διαιθυλικό αιθέρα από τις διαλυτές στο νερό οργανοσουλφονικές χρωστικές ύλες που χρησιμοποιούνται στα τρόφιμα. Παράρτημα ΙΙ, μέθοδος Ι.

ΙΙΙ. ΣΥΝΤΗΡΗΤΙΚΑ

ΙΙΙ.1. Προσδιορισμός του μυρμηκικού οξέος, των μυρμηκικών αλάτων και άλλων οξειδούμενων προσμίξεων εντός του οξικού οξέος (Ε260), του οξικού καλίου (Ε 261), του διοξικού νατρίου (Ε 262) και του οξικού ασβεστίου (Ε263). Παράρτημα ΙΙ, μέθοδος 2.

ΙΙΙ.2. Προσδιορισμός των μη πτητικών ουσιών του προπιονικού οξέος (Ε280). Παράρτημα ΙΙ, μέθοδος 3.

ΙΙΙ.3. Προσδιορισμός της απώλειας μάζας κατά την ξήρανση του νιτρώδους νατρίου (Ε 250). Παράρτημα 11, μέθοδος 4.

ΙΙΙ.4. Ανίχνευση του σαλικυλικού οξέος εντός του πυδροξυ-βενζοϊκού αιθυλεστέρα (Ε214), του μετά νατρίου παραγώγου του π-υδροξυ-βενζοϊκού αιθυλεστέρα (Ε215), του π-υδροξυ-βενζοϊκού προπυλεστέρα-κ (Ε216), του μετά νατρίου παραγώγου του π-υδροξυ-βενζοϊκού προπυλεστέρα-κ (Ε 217), του π-υδροξυ-βενζοϊκού μεθυλεστέρα (Ε218) και του μετά νατρίου παραγώγου του π-υδροξυ-βενζοϊκού μεθυλεστέρα (Ε 219). Παράρτημα ΙΙ, μέθοδος 5.

ΙΙΙ.5. Προσδιορισμός του ελεύθερου οξικού οξέος εντός του διοξικού νατρίου (Ε 262). Παράρτημα ΙΙ, μέθοδος 6.

ΙΙΙ.6. Προσδιορισμός του οξικού νατρίου εντός του διοξικού νατρίου (Ε 262.) Παράρτημα ΙΙ. μέθοδος 7.

ΙΙΙ.7. Ανίχνευση των αλδεϋδών εντός του σορβικού οξέος (Ε200), των μετά νατρίου, καλίου ή ασβεστίου

σορβικών αλάτων (Ε201, Ε 202, Ε 203) και του προπιονικού οξέος (Ε280). Παράρτημα II, μέθοδος 8.

IV. Μέσα με αντιοξειδωτικά αποτελέσματα.

IV. Προσδιορισμός του δείκτου ομάδων των υπεροξειδίων των λεκιθινών (Ε 322). Παράρτημα II, μέθοδος 9.

IV. 2. Προσδιορισμός της περιεκτικότητος των λεκιθινών (Ε322) σε αδιάλυτες στο τολουόλιο ουσίες. Παράρτημα II, μέθοδος 10.

IV.3. Ανίχνευση των αναγωγικών ουσιών εντός των γαλακτικών αλάτων νατρίου, καλίου και ασβεστίου (Ε 325, Ε 326, Ε 327). Παράρτημα II, μέθοδος II.

IV.4. Προσδιορισμός των πτητικών οξέων εντός του ορθοφωσφορικού οξέος (Ε338) Παράρτημα II, μέθοδος 12.

IV.5. Ανίχνευση των νιτρικών αλάτων εντός του ορθοφωσφορικού οξέος. (Ε 338). Παράρτημα II, μέθοδος 13.

IV.6. Προσδιορισμός των αδιάλυτων στο νερό ουσών που εμφανίζονται εντός των ορθοφωσφορικών αλάτων· δισόξινο φωσφορικό νάτριο. μονόξινο φωσφορικό νάτριο· φωσφορικό νάτριο, διόξινο φωσφορικό κάλιο, μονόξινο φωσφορικό κάλιο και φωσφορικό κάλιο (Ε 339 (i) Ε 339(ii), Ε 340(i), Ε 340(ii), Ε340 iii . Παράρτημα II, μέθοδος 14.

V. Γενικότητες.

V.I. Προσδιορισμός του pH των πρόσθετων στα τρόφιμα υλών. Παράρτημα II, μέθοδος 15.

Παράρτημα II.

Μέθοδοι ανάλυσης σχετικής με τα κριτήρια Καθαρότητας των πρόσθετων υλών.

Εισαγωγή.

I. Προετοιμασία του δείγματος.

I.I. Γενικότητες :

Η μάζα του εργαστηριακού δείγματος που προορίζεται για ανάλυση, πρέπει κανονικά να είναι ίση προς 50 g εκτός αν, για κάποιο ειδικό προσδιορισμό, απαιτείται σημαντικότερη ποσότητα.

1.2. Προετοιμασία του δείγματος.

Το δείγμα πρέπει να ομογενοποιηθεί πριν από την ανάλυση.

1.3. Διατήρηση

Το δείγμα αφού ετοιμαστεί σύμφωνα με τα ανωτέρω, διατηρείται πάντοτε σε ερμητικά κλεισμένο δοχείο, για να αποφευχθεί κάθε αλλοίωση.

2. Αντιδραστήρια

2.1. Νερό

2.1.1. Κάθε φορά που αναφέρεται η λέξη νερό για τα διαλύματα, τις αραιώσεις ή τις εκπλύσεις, πρόκειται πάντα για απεσταγμένο νερό ή για απιονισμένο νερό αντίστοιχης καθαρότητας.

2.1.2. Κάθε φορά που αναφέρεται η λέξη «διάλυμα» ή «αραίωση», χωρίς να αναφέρεται αντιδραστήριο, πρόκειται για υδατικό διάλυμα

2.2. Χημικά προϊόντα.

Όλα τα χημικά προϊόντα πρέπει να είναι αναλυτικής καθαρότητας πλήν αντιθέτων ενδείξεων.

3. Συσκευές.

3.1.1 Κατάλογος συσκευών.

Ο αναφερόμενος στον κατάλογο των υλικών εξοπλισμός είναι ειδικής με ιδιαίτερα χαρακτηριστικά.

3.2. Αναλυτικός ζυγός.

Με τον όρο αναλυτικός ζυγός νοείται ζυγός με ευαισθησία τουλάχιστον ίση προς 0,1 m.g.

4. Διατύπωση των αποτελεσμάτων

4.1. Αποτελέσματα.

Το αποτέλεσμα που αναφέρεται στο δελτίο αναλύσεως είναι η μέση τιμή που λαμβάνεται από δύο τουλάχιστον προσδιορισμούς, των οποίων η επαναληπτικότητα είναι ικανοποιητική.

4.2. Υπολογισμός του ποσοστού επί τοις εκατό

Πλην ιδιαιτέρων οδηγιών, τα αποτελέσματα εκφράζονται σε ποσοστά επί τοις εκατό (m/m) του αρχικού δείγματος όπως αυτό έφθασε στο εργαστήριο.

4.3. Αριθμός δεκαδικών ψηφίων.

Το αποτέλεσμα δεν πρέπει να εκφράζεται με αριθμό που φέρει περισσότερα δεκαδικά ψηφία απ' όσα επιτρέπει η ακρίβεια της μεθόδου.

Μέθοδος I.

Προσδιορισμός των ουσιών, που μπορούν να ληφθούν κατόπιν εκχυλίσεως με Διαιθυλικό Αιθέρα, από τις Διαλυτές στο νερό Οργανοσουλφονικές χρωστικές ύλες που χρησιμοποιούνται στα Τρόφιμα.

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής.

Η μέθοδος επιτρέπει τον προσδιορισμό των ουσιών που μπορούν να ληφθούν κατόπιν εκχυλίσεως με διαιθυλικό, αιθέρα, από τις χρωστικές οργανοσουλφονικές ύλες, τις διαλυτές σε νερό, ελλείψει υποστρώματος.

2. Ορισμός

Με τη μέθοδο που περιγράφεται κατωτέρω προσδιορίζεται η περιεκτικότητα σε ουσίες που λαμβάνονται κατόπιν εκχυλίσεως με διαιθυλικό αιθέρα.

3. Αρχή

Εκχύλιση της χρωστικής μέ διαιθυλικό αιθέρα και ζύγιση του ξηρού ιζήματος μετά από εξάτμιση του αιθέρα.

4. Αντιδραστήρια

4.1.1 Ξηρός διαιθυλικός αιθέρας, απαλλαγμένος υπεροξειδίων ή ξήρανση επιτυγχάνεται με πρόσφατα πυρωμένο χλωριούχο ασβέστιο).

5. Συσκευές

5.1. Συσκευή Soxhlet με σφαιρική φιάλη.

5.2. Ξηραντήρας με Silika get ($SiO2$) σε άνυδρη κατάσταση, ή με άλλο αντίστοιχο υγροσκοπικό μέσο και εφοδιασμένος με δείκρη υγρασίας.

5.3. Αναλυτικός ζυγός.

5.4. Κλίβανος ρυθμισμένος στους 85± 2° C.

6. Εκτέλεση του πειράματος

10g χρωστικών υλών ζυγίζονται, με προσέγγιση 10 mg, επί χάρτινου, ηθμού. Ο χάρτινος ηθμός διπλώνεται και εισάγεται εντός χάρτινου κυλίνδρου που σφραγίζεται με βάμβακα απαλλαγμένο από λιπαρές ουσίες. Η εκχύλιση πραγματοποιείται με διαιθυλικό αιθέρα (4.1). επί 6 ώρες εντός συσκευής εκχυλίσεως Sohlet (5.1.). Πραγματοποιείται εξάτμιση σε όσο το δυνατόν χαμηλότερη θερμοκρασία. Η σφαιρική φιάλη της συσκευής Soxhlet, αφού ζυγιστεί καταλλήλως μαζί με το υπόλειμμα, τοποθετείται στον κλίβανο (5.4.) Ξηραίνεται στους 85±2°C επί είκοσι λεπτά. Το υπόλειμμα αφήνεται να ψυχθεί, καλυμμένο με ύαλη ωρολογίου, ση ξηραντήρα (5.2) και στη συνέχεια ζυγίζονται η σφαιρική φιάλη και το υπόλειμμα.

Η ξήρανση και η ζύγιση επαναλαμβάνονται μέχρις ότου η διαφορά μεταξύ δύο διαδοχικών ζυγίσεων είναι μικρότερη των 0,5 mg. Υποθέτοντας μία πιθανή αύξηση της μάζας, για τον υπολογισμό θα ληφθεί υπόψη ο μικρότερος αριθμός που θα καταγραφεί.

7. Διατύπωση των αποτελεσμάτων

7.1. Τύπος και τρόπος υπολογισμού

Η περιεκτικότητα σε ουσίες που εκχυλίζονται με αιθέρα υπολογίζεται σε ποσοστά επί τοις εκατό του δείγματος, βάσει του κατωτέρω τύπου :

$$\frac{m1 \times 100}{mo}$$

όπου :

m_1 = μάζα, σε γραμμάρια, του ιζήματος μετά από εξέταση.

m_0 = αρχική μάζα, σε γραμμάρια, της ποσότητας του δείγματος που χρησιμοποιήθηκε.

7.2. Επαναληπτικότητα

Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμών, που πραγματοποιούνται συγχρόνως, υπό τις ίδιες συνθήκες, από το ίδιο άτομο και με το ίδιο δείγμα, δεν πρέπει να υπερβαίνει τα 20 mg για 100 g δείγματος.

ΜΕΘΟΔΟΣ 2

Προσδιορισμός του Μυρμηκικού οξέος των μυρμηκικών αλάτων και άλλων οξειδουμένων προσμίξεων εντός του οξικού οξέος (Ε 260), του οξικού καλίου (Ε 261), του διοξικού νατρίου (Ε 262) και του οξικού ασβεστίου (Ε263).

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Η μέθοδος επιτρέπει τον προσδιορισμό του μυρμηκικού οξέος, των μυρμηκικών αλάτων και άλλων οξειδούμενων προσμίξεων, υπολογιζόμενων σε μυρμηκικό οξύ, εντός :

— του οξικού οξέος (Ε 260),
— του οξικού καλίου (Ε 261),
— του διοξικού νατρίου (Ε 262),
— του οξικού ασβεστίου (Ε 263).

2. Ορισμός

Με τη μέθοδο που περιγράφεται κατωτέρω προσδιορίζεται η περιεκτικότητα σε μυρμηκικό οξύ, σε μυρμηκικά άλατα και σε άλλες οξειδούμενες προσμίξεις.

3. Αρχή

Μετά από κατεργασία του προς ανάλυση δείγματος σε περίσσεια υπερμαγγανικού καλίου σε αλκαλικό περιβάλλον, λαμβάνεται διοξείδιο του μαγγανίου. Το τελευταίο καθώς και η περίσσεια του υπερμαγγανικού καλίου ογκομετρούνται με ιωδιομετρία, αφού προηγουμένως το διάλυμα καταστεί όξινο. Η συγκέντρωση των οξειδουμένων προσμίξεων εκφράζεται σε μυρμηκικό οξύ.

4. Αντιδραστήρια

4.1. Ιωδιούχο κάλιο.

4.2. Υπερμαγγανικό κάλιο 0,02 mol/l

4.3. Ανθρακικό νάτριο (άνυδρο).

4.4. Θειοθειϊκό νάτριο, 0,1 mol/l.

4.5. Διάλυμα αμύλου (περίπου 1 % m/v).

4.6. Αραιωμένο διάλυμα θειϊκού οξέος : 90 ml θειϊκού οξέος (p20 = 1,84 g/ml) στο οποίο προστίθεται νερό μέχρι το 1l.

5. Συσκευές

5.1. Ζέον υδρόλουτρο.

5.2. Αναλυτικός ζυγός.

6. Εκτέλεση του πειράματος

Στην περίπτωση που το προς ανάλυση δείγμα παρουσιάζεται με τη μορφή ελεύθερου οξέος, 10 g ζυγιζόμενα με προσέγγιση 10 mg, διαλύονται σε 70 ml νερού, όπου προστίθεται διάλυμα, περιέχον 10 g άνυδρου ανθρακικού νατρίου (4.3) διαλυμένου σε 30 ml νερού. Αν το δείγμα παρουσιάζεται με τη μορφή άλατος, 10 g, ζυγισμένα με προσέγγιση 10 mg, διαλύονται σε 100 ml νερού όπου προστίθεται 1 g άνυδρου ανθρακικού νατρίου (4.3) αναδεύοντας μέχρι πλήρους διαλύσεως. Προστίθεται 20 ml υπερμαγγανικού καλίου 0,02 mol/l (4.2) και το όλο διάλυμα θερμαίνεται σε ζέον υδρόλουτρο επί 15 λεπτά. Το διάλυμα αφήνεται να ψυχθεί και στη συνέχεια προστίθενται 50 ml αραιού θειϊκού οξέος και (4.6) 0,5 g ιωδιούχου καλίου (4.1). Το μείγμα αναδεύεται μέχρι διαλύσεως του ιζήματος του διοξειδίου του μαγγανίου. Ογκομετρείται με διάλυμα θειϊκού νατρίου 0,1 mol/ (4.4) μέχρις ότου το διάλυμα χρωσθεί ελαφρώς κίτρινο, οπότε προστίθενται μερικώς σταγόνες διαλύματος αμύλου (4.5) και συνεχίζεται η ογκομέτρηση μέχρι πλήρους αποχρωματισμού.

7. Διατύπωση των αποτελεσμάτων

7.1. Τύπος και τρόπος υπολογισμού

Το ποσοστό μυρμηκικού οξέος, μυρμηκικών αλάτων και άλλων οξειδούμενων προσμίξεων υπολογίζεται σε μυρμηκικό οξύ βάσει του κατωτέρου τύπου :

$$\frac{2{,}3b}{m_o} \times \left(\frac{(100a}{b} - V\right)$$

όπου :

a = μοριακότητα του υπερμαγγανικού καλίου.
b = μοριακότητα του θειοθειϊκού νατρίου,
m_o = αρχική μάζα του δείγματος σε γραμμάρια,
V = όγκος, σε ml, του θειοθειϊκού νατρίου (0,1 mol/l) που χρησιμοποιείται για την ογκομέτρηση.

7.2. Επαναληπτικότητα

Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο παράλλ ων προσδιορισμών, που πραγματοποιούνται συγχρόνως, υπό τις ίδιες συνθήκες, από το ίδιο άτομο και με το ίδιο μείγμα, δεν πρέπει ναυπερβαίνει τα 5 mg για 100 g δείγματος.

8. Παρατηρήσεις

8.1. Σε 10 g δείγματος, 11,3 ml θειοθεϊκού νατρίου 0,1 mol/l ισοδυναμούν με 0,2 % μυρμηκικού οξέος.

8.2. Απουσία μυρμηκικών αλάτων, ο όγκος του θειοθεϊκού νατρίου ανέρχεται σε 20 ml, αλλά αν υπάρχει πάνω από 0,27 % (m/m) μυρμηκικού οξέος, η περίσσεια $KMnO_4$ δεν επαρκεί και ο λαμβανόμενος όγκος του θειοθειϊκού οξέος σταθεροποιείται στα 8 ml. Στην περίπτωση αυτή, επαναλάβατε τον προσδιορισμό χρησιμοποιώντας μικρότερη ποσότητα δείγματος.

ΜΕΘΟΔΟΣ 3

Προσδιορισμός των μη πτητικών ουσιών εντός του προπιονικού οξέος (Ε 280)

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Η μέθοδος επιτρέπει τον ποσοτικό προσδιορισμό των μη πτητικών ουσιών εντός του, προπιονικού οξέος (Ε 280).

2. Ορισμός

Με τη μέθοδο που περιγράφεται κατωτέρω προσδιορίζεται η περιεκτικότητα του προπιονικού οξέος σε μη πτητικές ουσίες.

3. Αρχή

Το δείγμα εξατμίζεται και ξηραίνεται στους 103± 2° C. Το ίζημα αναλύεται με βαρυμετρία.

4. Συσκευές

4.1 Κάψα από διοξείδιο του πυριτίου ή λευκόχρυσο, για 100 g δείγματος.

4.2. Ηλεκτρικός κλίβανος ρυθμισμένος στους 103± 2°C.

4.3. Αναλυτικός ζυγός.

4. 4. Ζέον υδρόλουτρο.

4.5. Ξηραντήρας με Silica gel (SiO_2) σε άνυδρη κατάσταση ή με άλλο αντίστοιχο υγροσκοπικό μέσο και εφοδιασμένος με δείκτη υγρασίας.

5. Εκτέλεση του πειράματος

Ζυγίζονται 100 g περίπου προπιονικού οξέος με προσέγγιση 0,1 g σε κάψα (4.1) που έχει ξηρανθεί καταλλήλως και της οποίας έχει προσδιορισθεί η τάρα. Εντός ζέοντος υδρόλουτρου και κάτω από απαγωγέα υφίσταται εξάτμιση. Όταν εξατμιστεί όλο το προπιονικό οξύ, το υπόλειμμα υφίσταται ξήρανση επί 1 ώρα εντός κλιβάνου (4.2) στους 103± 2° C. Στη συνέχεια τοποθετείται σε ξηραντήρα μέχρις ότου ψυχθεί. Ζυγίζεται. Η όλη διαδικασία επαναλαμβάνεται μέχρις ότου η διαφορά μεταξύ δύο διαδοχικών ζυγίσεων δεν υπερβαίνει τα 0,5 mg. Υποθέτοντας μια πιθανή αύξηση της μάζας, για τον υπολογισμό θα ληφθεί υπόψη ο μικρότερος αριθμός που θα καταγραφεί.

6. Διατύπωση των αποτελεσμάτων

6.1. Τύπος και τρόπος υπολογισμού

Η επί τοις εκατό περιεκτικότητα του δείγματος σε μη πτητικές ουσίες υπολογίζεται βάσει του κατωτέρω τύπου :

$$\frac{100 \times m1}{m_0}$$

όπου
m1 = μάζα του υπολείμματος της εξατμίσεως, σε γραμμάρια.
m_0 = αρχική μάζα της ποσότητας του δείγματος που χρησιμοποιήθηκε, σε γραμμάρια.

6.2. Επαναληπτικότητα
Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμών που πραγματοποιούνται συγχρόνως, υπό τις ίδιες συνθήκες, από το ίδιο άτομο και με το ίδιο δείγμα, δεν πρέπει να υπερβαίνει τα 5 mg για 100 g δείγματος.

ΜΕΘΟΔΟΣ 4

Προσδιορισμός της απώλειας μάζας κατά την ξήρανση του νιτρώδους νατρίου (Ε 250)

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής
Η μέθοδος επιτρέπει τον προσδιορισμό της απωλείας μάζας κατά την ξήρανση του νιτρώδους νατρίου (Ε 250).

2. Ορισμός
Με τη μέθοδο που περιγράφεται κατωτέρω προσδιορίζεται η περιεκτικότητα σε υγρασία του νιτρώδους νατρίου, η οποία αντιστοιχεί στην απώλεια μάζας του τελευταίου.

3. Αρχή
Προσδιορισμός της απώλειας μάζας μετά από θέρμανση στους 103± 2°C.

4. Συσκευές
4.1. Ηλεκτρικός κλίβανος, ρυθμισμένος στούς 103± 2°C.
4.2. Γυάλινο σκεύος με επίπεδο πυθμένα, διαμέτρου 60-80 mm και με τοιχώματα ύψους τουλάχιστον 25 mm, εφοδιασμένο με καπάκι.
4.3. Ξηραντήρας με Silika gel (SiO_2) σε άνυδρη κατάσταση ή με άλλο αντίστοιχο υγροσκοπικό μέσο και εφοδιασμένος με δείκτη υγρασίας.
4.4. Αναλυτικός ζυγός.

5. Εκτέλεση του πειράματος
Αφαιρείται το καπάκι του γυάλινου σκεύους (4.2) και σκεύος και καπάκι τοποθετούνται επί μία ώρα εντός κλιβάνου (4.1), ρυθμισμένου στούς 103± 2°C. Το καπάκι επανατοποθετείται επί του σκεύους (4.2) και αφήνονται να ψυχθούν, μέχρις ότου φτάσουν τη θερμοκρασία του περιβάλλοντος, μέσα σε ξηραντήρα (4.3). Το σκεύος με το καπάκι του (4.2) ζυγίζονται με προσέγγιση 10 mg. Εντός του σκεύους, με το καπάκι του, ζυγίζονται 10 g δείγματος με προσέγγιση 10mg. Αφού αφαιρεθεί το καπάκι, σκεύος και καπάκι τοποθετούνται επί μία ώρα σε κλίβανο (4.1), ρυθμισμένο στούς 103± 2°C. Το καπάκι τοποθετείται επί του σκεύους, που αφήνεται να ψυχθεί, μέσα στον ξηραντήρα (4.3), επί μία ώρα μέχρις ότου φτάσει τη θερμοκρασία του περιβάλλοντος. Στη συνέχεια ζυγίζεται με προσέγγιση 10 mg. Οι τρεις τελευταίες διαδικασίες (θέρμανση, ψύξη, ζύγιση) επαναλαμβάνονται μέχρις ότου η διαφορά μάζας μεταξύ δύο διαδοχικών μετρήσεων δεν υπερβαίνει τα 10 mg. Υποθέτοντας τυχόν αύξηση της μάζας, για τον υπολογισμό θα ληφθεί υπόψη ο μικρότερος αριθμός που θα καταγραφεί.

6. Διατύπωση των αποτελεσμάτων
6.1. Τύπος και τρόπος υπολογισμού
Η επί τοις εκατό (m/m) απώλεια μάζας του δείγματος, κατά την ξήρανση, υπολογίζεται βάσει του κατωτέρω τύπου :

$$\frac{100 X (m_2 - m_3)}{(m_2 - m_1)}$$

όπου :
m1 = η μάζα του σκεύους, σε γραμμάρια,
m2 = η μάζα, σε γραμμάρια, του σκεύους μαζί με το δείγμα, πριν από την ξήρανση.
m_3 = η μάζα, σε γραμμάρια, του σκεύους μαζί με το δείγμα, μετά την ξήρανση.

6.2. Επαναληπτικότητα
Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμών, που πραγματοποιούνται συγχρόνως, υπό τις ίδιες συνθήκες, από το ίδιο άτομο και με το ίδιο δείγμα, δεν πρέπει να υπερβαίνει τα 100 mg για 100 g δείγματος.

ΜΕΘΟΔΟΣ 5

Ανίχνευση του σαλικυλικού οξέος εντός του π - υδροξύ - βενζοϊκού αιθυλεστέρα (Ε 214), του μετά νατρίου παραγώγου του π - υδροξυ - βενζοϊκού αιθυλεστέρα (Ε 215), του π-υδροξυ - βενζοϊκού προπυλεστέρα - κ (Ε 216), του μετά νατρίου παραγώγου του π - υδροξυ - βενζοϊκού προπυλεστέρα - κ (Ε 217), του π - υδροξυ - βενζοϊκού μεθυλεστέρα (Ε 218) και του μετά νατρίου παραγώγου του π - υδροξυ - βενζοϊκού μεθυλεστέρα (Ε219).

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής
Η μέθοδος επιτρέπει την ανίχνευση του σαλικυλικού οξέος εντός του π - υδροξυ - βενζοϊκού αιθυλεστέρα (Ε 214), του π - υδροξυ - βενζοϊκού προπυλεστέρα - κ (Ε 216), του π - υδροξυ - βενζοϊκού μεθυλεστέρα (Ε 218) και των μετά νατρίου παραγώγων αυτών (Ε 215, Ε 217 και Ε 219).

2. Ορισμός
Με τη μέθοδο που περιγράφεται κατωτέρω προσδιορίζεται το όριο ανιχνεύσεως του σαλικυλικού οξέος.

3. Αρχή
Διάλυμα σαλικυλικού οξέος λαμβάνει παρουσία εναμμωνίου θειϊκού σιδήρου (lll), μωβ χροιά, της οποίας η ένταση συγκρίνεται με εκείνη του διαλύματος αναφοράς.

4. Αντιδραστήρια
4.1. Διάλυμα 0,2 % (m/v) εναμμωνίου θειϊκού σιδήρου (lll) : 0,2 g εναμμωνίου θειϊκού σιδήρου (lll) με 12 μόρια κρυσταλλικού νερού διαλύονται σε 50 ml νερού προστίθενται 10 ml νιτρικού οξέος αραιωμένου προς 10 % (v/v) και στη συνέχεια προστίθεται νερό μέχρι τα 100 ml.
4.2. Αιθανόλη, 95 % (v/v.).
4.3. Διάλυμα σαλικυλικού οξέος περιεκτικότητος 0,1 g/l.
4.4. Θειϊκό οξύ, 1 mol/l.

5. Συσκευές
5.1. Σωλήνας Nessle ολικής χωρητικότητας 60 ml περίπου, βαθμολογημένος μέχρι τα 50 ml.

6. Εκτέλεση του πειράματος.
6.1. Δείγματα του π - υδροξυ - βενζοϊκού αιθυλεστέρα, του π - υδροξυ - βενζοϊκού προπυλεστέρα - κ και του π - υδροξυ - βενζοϊκού μεθυλεστέρα.
6.1.1. 0,1 g προς ανάλυση δείγματος που ζυγίστηκε με προσέγγιση 1 mg διαλύεται εντός 10 ml αιθανόλης 95 % (v/v) 4.2). Το διάλυμα αυτό μεταφέρεται σε βαθμολογημένο σωλήνα Nessler (5.1) και προστίθεται νερό μέχρι τα 50 ml. Μετά από ανατάραξη του μείγματος προστίθεται 1 ml διαλύματος εναμμωνίου θειϊκού σιδήρου (lll) (4.1.). Το μείγμα αναταράζεται εκ νέου και αφήνεται να ηρεμήσει επί ένα λεπτό.

6.1.2. Κατά τον ίδιο τρόπο ετοιμάζεται διάλυμα αναφοράς, όπως περιγράφεται στο 6.1.1 χρησιμοποιώντας 1 ml από το διάλυμα του σαλικυλικού οξέος (4.3.) αντί και στη θέση του δείγματος.

6.1.3. Γίνεται σύγκριση μεταξύ της χροιάς του δοκιμαστικού σωλήνα που περιέχει το προς ανάλυση δείγμα και εκείνης του διαλύματος αναφοράς.

6.2. Δείγματα των μετά νατρίου παραγώγων του π - υδροξυ - βενζοϊκού μεθυλεστέρα, αιθυλεστέρα και κ - προπυλεστέρα.
6.2.1. Επαναλαμβάνεται η διαδικασία που περιγράφεται στο 6.1.1. καθιστώντας το διάλυμα όξινο (pH = 5) με προσθήκη θειϊκού οξέος 1 mol/l (4.4.) πριν από την αραίωση μέχρι 50 ml.
6.2.2. Επαναλαμβάνεται η διαδικασία που περιγράφεται στο 6.1.2.
6.2.3. Επαναλαμβάνεται η διαδικασία που περιγράφεται στο 6.1.3.

7. Διατύπωση των αποτελεσμάτων
7.1. Ερμηνεία της δοκιμασίας ανιχνεύσεως.

Αν η μωβ χροιά του δοκιμαστικού σωλήνα που περιέχει το προς ανάλυση δείγμα είναι πιο έντονη από εκείνη του διαλύματος αναφοράς το πείραμα θεωρείται ότι έχει θετικά αποτελέσματα και το δείγμα περιέχει πλέον του 0,1 % σαλικυλικού οξέος.

7.2. Ευαισθησία

Το όριο ανιχνεύσεως πού μπορεί να προσδιοριστεί με τη μέθοδο αυτή, είναι 30 mg σαλικυλικού οξέος για 100 g δείγματος.

7.3. Παρατήρηση

Τα αποτελέσματα δύο παράλληλων προσδιορισμών που πραγματοποιήθηκαν συγχρόνως, υπό τις ίδιες συνθήκες, από το ίδιο άτομο και με το ίδιο δείγμα, πρέπει να είναι ταυτόσημα.

ΜΕΘΟΔΟΣ 7

Προσδιορισμός του ελεύθερου οξικού οξέος εντός του διοξικού νατρίου (Ε 262)

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Η παρούσα μέθοδος επιτρέπει την ανίχνευση οξικού οξέος εντός του διοξικού νατρίου (Ε 262).

2. Ορισμός

Με τη μέθοδο που περιγράφεται κατωτέρω προσδιορίζεται η περιεκτικότητα σε οξικό οξύ.

3. Αρχή

Εξουδετέρωση του οξικού οξέος με καυστικό νάτριο παρουσία φαινολοφθαλεΐνης.

4. Αντιδραστήρια

4.1. Διάλυμα 1% (m/v) φαινολοφθαλεΐνης με αιθανόλη.

4.2. Καυστικό νάτριο 1 mol/l.

5. Συσκευές·

5.1. Αναλυτικός ζυγός.

6. Εκτέλεση του πειράματος

Ζυγίζονται 3 g περίπου του προς ανάλυση δείγματος, με προσέγγιση 1 mg και διαλύονται εντός 50 ml νερού. Προστίθενται δύο έως τρεις σταγόνες διαλύματος φαινολοφθαλεΐνης (4.1.) και γίνεται ογκομέτρηση με καυστικό νάτριο 1 mol/1 (4.2.) μέχρις ότου η κόκκινη χροιά που οφείλεται στη μετατροπή της φαινολοφθαλεΐνης διατηρηθεί επί πέντε δευτερόλεπτα.

7. Διατύπωση των αποτελεσμάτων

7. 1. Τύπος και τρόπος υπολογισμού

Η επί τοις εκατό (m/m) περιεκτικότητα του δείγματος σε οξικό οξύ υπολογίζεται βάσει του κατωτέρω τύπου :

$$\frac{6{,}005 \times V \times c}{m_0}$$

όπου :

V = ο όγκος, σε ml, του διαλύματος καυστικού νατρίου που χρησιμοποιήθηκε για την ογκομέτρηση (4.2.),

c = η μοριακότητα του διαλύματος του καυστικού νατρίου, σε mol/l,

m = η αρχική μάζα, σε γράμμάρια του δείγματος

7.2. Επαναληπτικότητα

Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμών, που πραγματοποιούνται συγχρόνως υπό τις ίδιες συνθήκες, από το ίδιο άτομο και με το ίδιο δείγμα, δεν πρέπει να υπερβαίνει τα 500 mg για 100 g δείγματος.

8. Παρατήρηση

Απαιτούνται 20 ml καυστικού νατρίου 1 mol/l για την ογκομέτρηση 3 g δείγματος που περιέχει 40 % οξικό οξύ.

ΜΕΘΟΔΟΣ 7

Προσδιορισμός του οξικού νατρίου εντός του διοξικού νατρίου (Ε 262)

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Η παρούσα μέθοδος επιτρέπει τον προσδιορισμό του οξικού νατρίου και του νερού, υπό τη μορφή οξικών αλάτων, εντός του διοξικού νατρίου (Ε 262).

2. Ορισμός

Με τον όρο «περιεκτικότητα σε οξικό νάτριο» νοείται η περιεκτικότητα σε οξικό νάτριο και νερό, εκφρασμένη σε οξικό νάτριο, όπως προσδιορίζεται από την κατωτέρω μέθοδο.

3. Αρχή

Κατάλληλη αραίωση του δείγματος με ψυχρό οξικό οξύ και ογκομέτρηση με διάλυμα αναφοράς υπερχλωρικού οξέος παρουσία δείκτου violet cristallisé.

4. Αντιδραστήρια

4.1. Ψυχρό οξικό οξύ (ρ20°C = 1,049 g/ml για ογκομέτρηση σε μη υδατικό περιβάλλον).

4.2. Violet cristallisé Cl n° 42555 υπό τη μορφή διαλύματος με 0,2 % (m/v) εντός ψυχρού οξικού οξέος.

4.3. Φθαλικό κάλιο, $C_8H_5KO_4$.

4.4. Ανυδρίτης του οξικού οξέος $(CH_3CO)_2O$.

4.5. Υπερχλωρικό οξύ, 0,1 mol/l εντός ψυχρού οξικού οξέος. Το διάλυμα ετοιμάζεται και βαθμολογείται ως ακολούθως :

Ζυγίζονται Pg διαλύματος υπερχλωρικού οξέος εντός βαθμολογημένης σφαιρικής φιάλης των 1000 ml εφοδιασμένου με εσμυρισμένο γυάλινο πώμα.

Τα Pg υπολογίζονται βάσει του τύπου :

$$P = \frac{1004{,}6}{m}$$

όπου :

m = η συγκέντρωση του υπερχλωρικού οξέος επί τοις εκατό (m/m), που προσδιορίζεται με ογκομέτρηση (70 – 72 % (m/m) είναι η πιο κατάλληλη συγκέντρωση.

Προστίθενται 100 ml περίπου ψυχρού οξικού οξέος και στη συνέχεια Q g σε μικρές διαδοχικές ποσότητες ανυδρίτου του οξικού οξέος. Το μείγμα αναδεύεται και ψύχεται συνεχώς κατά τη διάρκεια των διεργασιών προσθήκης.

$$Q = \frac{(567 \times P) - 5\,695}{a}$$

όπου :

P = η ζυγισμένη ποσότητα σε γραμμάρια του υπερχλωρικού οξέος.

a = η επί τοις εκατό συγκέντρωση (m/m) του ανυδρίτου του οξικού οξέος.

Η σφαιρική φιάλη σφραγίζεται και αφήνεται επί 24 ώρες μακριά από το φώς. Προστίθεται κατόπιν αρκετό ψυχρό οξικό οξύ για να ληφθεί διάλυμα 1000 ml. Το διάλυμα που παρασκευάζεται με τον τρόπο αυτό είναι σχεδόν άνυδρο. Το διάλυμα ρυθμίζεται με φθαλικό κάλιο κατά τον ακόλουθο τρόπο :

Ζυγίζονται περίπου 0,2 g φθαλικού καλίου, με προσέγγιση 0,1 mg που έχουν υποστεί κατάλληλη ξήρανση στούς 110°C επί δύο ώρες και διαλύονται εντός 25 ml ψυχρού οξικού οξέος εντός κωνικής φιάλης, θερμαίνοντας σιγά σιγά. Το διάλυμα ψύχεται. Προστίθενται δύο σταγόνες του διαλύματος που περιέχει 0,2 % (m/v) violet cristallisé (4.2) εντός ψυχρού οξικού οξέος και ογκομετρείται με διάλυμα υπερχλωρικού οξέος μέχρις ότου το χρώμα του δείκτου μετατραπεί σε ανοιχτό πράσινο.

Διεξάγεται τυφλή ογκομέτρηση με τον ίδιο όγκο και το αριθμητικό αποτέλεσμα του τυφλού προσδιορισμού αφαιρείται από εκείνο του αρχικού προσδιορισμού 20,42 mg φθαλικού καλίου αντιστοιχούν σε 1 ml υπερχλωρικού οξέος 0,1 mol/l.

5. Συσκευές

5.1. Αναλυτικός ζυγός.

6. Εκτέλεση του πειράματος

Ζυγίζονται περίπου 0,2 g δείγματος με προσέγγιση 0,5 mg και διαλύονται εντός 50 ml ψυχρού οξέος (4.1.). Προστίθενται μερικές σταγόνες του δείκτου violet cristallisé (4.2.)

και το διάλυμα ογκομετρείται με διάλυμα υπερχλωρικού οξέος 0,1 mol/l (4.5) μέχρις ότου το χρώμα του δείκτου αλλάξει προς ανοικτό πράσινο.

7. Διατύπωση των αποτελεσμάτων

7. 1 Τύπος και τρόπος υπολογισμού

Η επί τοις εκατό (m/m) περιεκτικότητα του δείγματος σε οξικό νάτριο, όπως ορίζεται στο τμήμα 2 (ορισμός) υπολογίζεται βάσει του κατωτέρω τύπου :

$$\frac{8{,}023 \times V \times c}{m_0}$$

όπου :

V = ο όγκος του υπερχλωρικού οξέος (4.5) που χρησιμοποιήθηκε για την ογκομέτρηση.

c = η μοριακότητα του υπερχλωρικού οξέος (4.5),

m_0 = η αρχική μάζα του δείγματος σε γραμμάρια.

7.2. Επαναληπτικότητα

Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμών, που πραγματοποιούνται συγχρόνως, υπό τις ίδιες συνθήκες, από το ίδιο άτομο και με το ίδιο δείγμα, δεν πρέπει να υπερβαίνει τα 1,5 g για 100 g δείγματος.

8. Παρατηρήσεις

Τα αντιδραστήρια που χρησιμοποιούνται στη μέθοδο αυτή είναι τοξικά και εκρηκτικά. Πρέπει λοιπόν να χρησιμοποιούνται με προσοχή.

ΜΕΘΟΔΟΣ 8

Ανίχνευση των αλδεϋδων εντός του σορβικού οξέος (Ε 200), των μετά νατρίου, καλίου, ή ασβεστίου σορβικών αλάτων (Ε 201, Ε 202, Ε 203) και του προπιονικού οξέος (Ε 280).

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Η παρούσα μέθοδος επιτρέπει την ανίχνευση των αλδεϋδών, εκφρασμένων σε φορμαλδεϋδη, εντός :

— του σορβικού οξέος (Ε 200),

— των μετά νατρίου, καλίου ή ασβεστίου σορβικών αλάτων (Ε 201, Ε202, 203),

— του προπιονικού οξέος (Ε 280).

2. Ορισμός

Προσδιορισμός του ορίου ανιχνεύσεως. Η συγκέντρωση των αλδεϋδών, εκφρασμένη σε φορμαλδεϋδη, λαμβάνεται με τη μέθοδο που περιγράφεται κατωτέρω.

3. Αρχή

Αντίδραση των αλδεϋδών του προς ανάλυση διαλύματος με το αντιδραστήριο Schiff και σύγκριση της εντάσεως της κόκκινης χροιάς διαλύματος φορμαλδεϋδης, διάλυμα αναφοράς, που περιέχει το αντιδραστήριο Schiff.

4. Αντιδραστήρια

4.1. Διάλυμα αναφοράς που περιέχει 0,01 mg φορμαλδεϋδης ανά ml, που παρασκευάζεται δια διαλύσεως πυκνού διαλύματος φορμαλδεϋδης (400 mg/ml).

4.2. Αντιδραστήριο Schiff

5. Εκτέλεση του πειράματος

5.1. Ζυγίζεται 1 g δείγματος με προσέγγιση 1 mg. Προστίθενται 100 ml νερού. Το διάλυμα αναταράσσεται. Αν θεωρηθεί αναγκαίο το διάλυμα διηθείται και προστίθεται σε 1 ml του διηθήματος ή του διαλύματος 1 ml αντιδραστηρίου Schiff (4.2.). Αλλούθε, σε 1 ml του διαλύματος αναφοράς που περιέχει τη φορμαλδεϋδη (4.1.) προστίθεται 1 ml του αντιδραστηρίου Schiff (4.2.).

5.2. Η χροιά του διαλύματος που περιέχει το προς ανάλυση δείγμα συγκρίνεται με εκείνη του διαλύματος αναφοράς.

6. Διατύπωση των αποτελεσμάτων.

6.1. Ερμηνεία της δοκιμασίας ανιχνεύσεως.

Αν η κόκκινη χροιά του δοκιμαστικού σωλήνα που περιέχει το προς ανάλυση δείγμα είναι πιο έντονη από εκείνη του δοκιμαστικού σωλήνα που περιέχει το διάλυμα αναφοράς, η δοκιμασία είναι θετική και το δείγμα περιέχει πλέον του 0,1 % αλδεϋδης εκφρασμένης σε φορμαλδεϋδη.

6.2. Ευαισθησία.

Το όριο ανιχνεύσεως που μπορεί να προσδιοριστεί με τη μέθοδο αυτή, είναι 30 mg φορμαλδεϋδης για 100 g δείγματος.

6.3. Παρατήρηση

Τα αποτελέσματα δύο παράλληλων προσδιορισμών, που πραγματοποιήθηκαν συγχρόνως, υπό τις ίδιες συνθήκες, από το ίδιο άτομο και με το ίδιο δείγμα, πρέπει να είναι ταυτόσημα.

ΜΕΘΟΔΟΣ 9

Προσδιορισμός του δείκτου υπεροξειδίων των λεκιθινών (Ε 322)

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Η παρούσα μέθοδος επιτρέπει τον προσδιορισμό του δείκτου υπεροξειδίων των λεκιθινών (Ε 322).

2. Ορισμός

Με τη μέθοδο που περιγράφεται κατωτέρω προσδιορίζεται ο δείκτης υπεροξειδίων των λεκιθινών.

3. Αρχή

Οξείδωση του ιωδιούχου καλίου από τα υπεροξείδια των λεκιθινών και ογκομέτρηση του ελευθερούμενου ιωδίου με θειοθειϊκό νάτριο.

4. Αντιδραστήρια

4.1. Ψυχρό οξικό οξύ.

4.2. Χλωροφόρμιο

4.3. Ιωδιούχο κάλιο.

4.4. Θειοθειϊκό νάτριο 0,1 mol/l ή 0,01 mol/l.

4.5. Διάλυμα αμύλου (περίπου 1 % m/v).

5. Συσκευές

5.1. Αναλυτικός ζυγός.

5.2. Συσκευή (βλέπε σχήμα) που αποτελείται από :

5.2.1. σφαιρική φιάλη (με σφαιρικό πυθμένα), χωρητικότητος 100 ml.

5.2.2. κάθετο ψυκτήρα.

5.2.3. γυάλινο σωλήνα μήκους 250 mm και εσωτερικής διαμέτρου 22 mm, με εσμυρισμένα άκρα·

5.2.4. μικρό ποτήρι ζέσεως, εξωτερικών διαστάσεων : 35 - 50 mm ύψος και 20 mm διάμετρος.

6. Εκτέλεση του πειράματος

6.1. Εντός σφαιρικής φιάλης 100 ml (5.2.1.) τοποθετούνται 10 ml ψυχρού οξικού οξέος (4.1) και 10 ml χλωροφορμίου (4.2). Τοποθετούνται ο γυάλινος σωλήνας (5.2.3) και ο κάθετος ψυκτήρας (5.2.2.).

Το μείγμα φέρεται βραδέως στο σημείο βρασμού, επί δύο λεπτά, για να απαλλαγεί από τον εν διαλύσει αέρα 1 g ιωδιούχου καλίου (4.3) διαλύεται σε 1,3 ml νερού και το διάλυμα αυτό προστίθεται στη σφαιρική φιάλη (5.2.1) φροντίζοντας να μη διακοπεί ο βρασμός. Αν τη στιγμή αυτή εμφανιστεί μία κίτρινη χροιά στη σφαιρική φιάλη, το πείραμα θεωρείται ότι απέτυχε και πρέπει να επαναληφθεί με προσφάτως παρασκευασθέντα αντιδραστήρια.

6.2. Στη συνέχεια μετά από δύο λεπτά βρασμού, προστίθεται στη σφαιρική φιάλη (5.2.1) 1 g του προς ανάλυση δείγματος, ζυγισμένο με προσέγγιση 1 mg, φροντίζοντας και πάλι να μη διακοπεί ο βρασμός. Για το σκοπό αυτό το δείγμα τίθεται σε μικρό ποτήρι ζέσεως (5.2.4) που εισάγεται εντός της σφαιρικής φιάλης από το γυάλινο σωλήνα (5.2.3) με τη βοήθεια σύρματος του οποίου το κάτω άκρο προσαρμόζεται στο εν λόγω ποτήρι ζέσεως (βλ. σχήμα). Ο ψυκτήρας μπορεί να απομακρυνθεί όσο διαρκεί η ταχεία αυτή δοκιμασία. Ο βρασμός διατηρείται επί τρία - τέσσερα λεπτά ακόμα. Στη συνέχεια παύει η θέρμανση, απομακρύνεται αμέσως ο ψυκτήρας (5.2.2) και προστίθενται ταχέως 50 ml νερού από το γυάλινο σωλήνα (5.2.3). Αφαιρείται ο γυάλινος σωλήνας (5.2.3) και ψύχεται η σφαιρική φιάλη (5.2.1) κάτω από τρεχούμενο νερό μέχρις ότου φτάσει στη θερμοκρασία δωματίου. Ογκομετρείται με θειοθειϊκό νάτριο (0,1 mol/l ή 0,01 mol/l (4.4) μέχρις ότου αποχρωματιστεί το υδάτινο στρώμα. Ακριβώς πριν από το τέλος της ογκομετρήσεως

προστίθεται 1 ml διαλύματος αμύλου (4.5) και η ογκομέτρηση συνεχίζεται μέχρις ότου εξαφανιστεί η μπλέ χροιά. Κατά τη διάρκεια της ογκομετρήσεως η σφαιρική φιάλη (5.2.1) αναταράζεται καλά ώστε να εξέλθει πλήρως το ιώδιο από το μη υδάτινο στρώμα.

6.3. Να εκτελεσθεί τυφλή ογκομέτρηση σύμφωνα με το 6.1 και 6.2

7. Διατύπωση των αποτελεσμάτων

7.1. Τύπος και τρόπος υπολογισμού

Ο δείκτης υπεροξειδίου του δείγματος, σε χιλιοστοϊσοδύναμα ανά χιλιόγραμμο υπολογίζεται βάσει του τύπου :

$$\frac{1000 \times a \times (V1 - V2)}{m_0}$$

όπου :

V1 = ο όγκος σε ml του διαλύματος του θειοθειϊκού άλατος που χρησιμοποιήθηκε για την ογκομέτρηση του δείγματος σύμφωνα με το (6.2),

V2 = ο όγκος σε ml, του διαλύματος του θειοθειϊκού άλατος που χρησιμοποιήθηκε για τον τυφλό προσδιορισμό σύμφωνα με το (6.3).

a = η συγκέντρωση του διαλύματος του θειοθειϊκού νατρίου σε mol/l.

m_0 = η αρχική μάζα του δείγματος σε γραμμάρια.

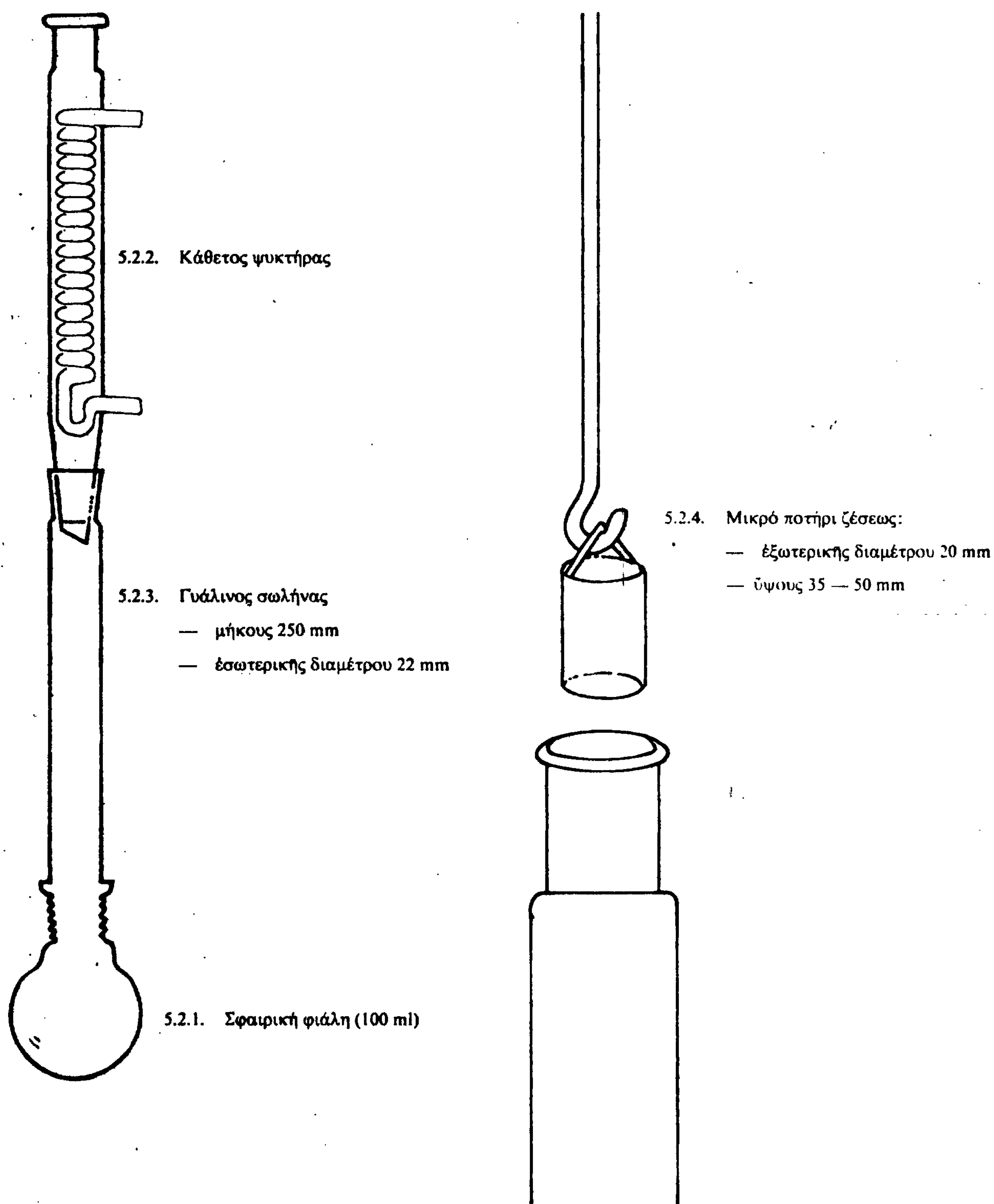
7.2. Επαναληπτικότητα

Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμών που πραγματοποιούνται συγχρόνως, υπό τίς ίδιες συνθήκες, απότο ίδιο άτομο και το ίδιο δείγμα, δεν πρέπει να υπερβαίνει τα 0,5 χιλιοστοϊσοδύναμα ανά χιλιόγραμμο του δείγματος.

8. Παρατηρήσεις

8.1. Η εκλογή της συγκεντρώσεως του χρησιμοποιούμενου θειοθειϊκού νατρίου εξαρτάται από το αποσκοπούμενο αποτέλεσμα. Ανα χρησιμοποιηθούν λιγότερα από 0,5 ml διαλύματος θειοθειϊκού νατρίου 0,1 mol/l, ο προσδιορισμός επαναλαμβάνεται χρησιμοποιώντας διάλυμα θειοθειϊκού άλατος 0,01 mol/l.

8.2. Η ανάλυση εκτελείται μακριά από το έντονο φως.



Συσκευή γιά τόν προσδιορισμό τοῦ δείκτου ὑπεροξειδίων τῶν λεκιθινῶν

ΜΕΘΟΔΟΣ 10

Προσδιορισμός της περιεκτικότητος των λεκιθινών (Ε 322) σε αδιάλυτες στο τολουόλιο ουσίες.

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Η παρούσα μέθοδος επιτρέπει τον προσδιορισμό των αδιάλυτων στο τουλουόλιο ουσιών εντός των λεκιθινών (Ε 322).

2. Ορισμός

Με τη μέθοδο που περιγράφεται κατωτέρω προσδιορίζεται η περιεκτικότητα σε ουσίες αδιάλυτες στο τουλουόλιο.

3. Αρχή

Διήθηση των αδιάλυτων στο τουλουόλιο προσμίξεων και ξήρανση του υπολείμματος.

4. Αντιδραστήρια

4.1. Τουλουόλιο.

5. Συσκευές

5.1. Ηθμός από φρυγμένο γυαλί G3 των 30 ml ή ισοδυνάμου μεγέθους πόρων.

5.2. Θερμοηλεκτρικός κλίβανος ρυθμισμένος στους $103 \pm 2^{0}C$.

5.3. Υδρόλουτρο του οποίου η θερμοκρασία δεν υπερβαίνει τους $60^{0}C$.

5.4. Ξηραντήρας με Silica gel (SiO_2) σε άνυδρη κατάσταση ή με άλλο αντίστοιχο υγροσκοπικό μέσο και εφοδιασμένος με δείκτη υγρασίας.

5.5. Κωνική φιάλη των 500 ml.

5.6. Αντλία κενού.

5.7. Αναλυτικός ζυγός.

6. Εκτέλεση του πειράματος.

6.1. Ο ηθμός από φρυγμένο γυαλί, των 30 ml (5.1), υφίσταται ξήρανση εντός κλιβάνου ρυθμισμένου στους 103 ± 2^{0} C (5.2). Ο ηθμός αφήνεται να ψυχθεί σε ξηραντήρια (5.4) και ζυγίζεται.

6.2. Αναδεύεται το δείγμα της λεκιθίνης μετά από θέρμανση σε υδρόλουτρο (5.3), εφ' όσον αυτό έχει θεωρηθεί αναγκαίο. Εντός κωνικής φιάλης (5.5) ζυγίζονται με προσέγγιση 1 mg, περίπου 10 g του δείγματος. Προστίθενται 100 ml τολουολίου (4.1) και το μείγμα αναδεύεται μέχρις ότου διαλυθεί όλη η λεκιθίνη. Το διάλυμα διηθείται μέσω του ηθμού από φρυγμένο γυαλί (5.1), με 25 ml τουλουολίου (4.1) εκπλύνεται η κωνική φιάλη (5.5). Τα διαλύματα εκπλύσεως διηθούνται μέσω του ηθμού (5.1). Η διαδικασία αυτή επαναλαμβάνεται με νέα ποσότητα 25 ml τουλουαλίου (4.1). Ο ηθμός αφαιρείται και το τολουόλιο απορροφάται υπό κενό.

6.3. Ο ηθμός (5.1) με το υπόλειμμα υφίστανται ξήρανση στος $103 \pm 2^{0}C$ επί 2 ώρες στον κλίβανο (5.2). Ο ηθμός αφήνεται να ψυχθεί στον ξηραντήρα (5.4) και στη συνέχεια ζυγίζεται.

6.4. Το 6.3 επαναλαμβάνεται μέχρις ότου η διαφορά μεταξύ δύο διαδοχικών ζυγίσεων δεν υπερβαίνει τα 0,5 mg.

Υποθέτοντας πιθανή αύξηση της μάζας, για τον υπολογισμό θα ληφθεί υπόψη ο μικρότερος αριθμός που θα καταγραφεί.

7. Διατύπωση των αποτελεσμάτων

7.1. Τύπος και τρόπος υπολογισμού

Η περιεκτικότητα σε αδιάλυτες στο τολουόλιο ουσίες υπολογίζεται βάσει του τύπου :

$$\frac{100(m2 - m1)}{m0}$$

όπου :

m1 = η μάζα του κενού ηθμού (6.1) εκφρασμένη σε γραμμάρια.

m2 = η μάζα του ηθμού μαζί με το υπόλειμμα (6.4) εκφρασμένη σε γραμμάρια.

m0 = η αρχική μάζα του δείγματος εκφρασμένη σε γραμμάρια.

7.2. Επαναληπτικότητα

Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμών, που πραγματοποιούνται συγχρόνως υπό τις ίδιες συνθήκες, από το ίδιο άτομο και με το ίδιο δείγμα, δεν πρέπει να υπερβαίνει τα 30 mg για 100 g δείγματος.

ΜΕΘΟΔΟΣ 11

Ανίχνευση των αναλυτικών ουσιών εντός των γαλακτικών αλάτων νατρίου, καλίου και ασβεστίου (Ε 325, Ε 326, Ε 327).

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Η μέθοδος επιτρέπει τον ποιοτικό προσδιορισμό των αναγωγικών ουσιών :

— του γαλακτικού νατρίου (Ε 325),

— του γαλακτικού καλίου (Ε 326) και

— του γαλακτικού ασβεστίου (Ε 327).

2. Ορισμός

Κατά το πείραμα προσδιορισμού του ορίου ανιχνεύσεως με αναγωγή του αντιδραστηρίου Fehling, το δείγμα αντιδρά με το αντιδραστήριο Fehling υπό τις συνθήκες που περιγράφονται κατωτέρω.

3. Αρχή

Αναγωγή του αντιδραστηρίου Fehling από αναγωγικές ουσίες. Παρόμοιες ουσίες αποτελούνται γενικά από αναγωγιγά σάκχαρα.

4. Αντιδραστήρια

4.1. Αντιδραστήριο Fehling A (διαλύονται 6,93 g ένυδρου θειϊκού χαλκού ($CuSO_4$ SH_2O) εντός νερού και προστίθεται νερό μέχρι τα 100 ml.

4.2. Αντιδραστήριο Fehling B (διαλύονται 34,6 g μετά νατρίου και καλίου ένυδρο τρυγικό άλας) ($KNaC_4H_4O_6$ $4H_2O$) και 10g καυστικού νατρίου εντός νερού και προστίθεται νερό μέχρι τα 100 nml).

5. Εκτέλεση του πειράματος

Διαλύεται 1 g δείγματος, ζυγισμένου με προσέγγιση 1 mg, εντός 10 ml ζεστού νερού. Προστίθενται 2 ml αντιδραστηρίου Fehling A (4.1) και 2 ml αντιδραστηρίου Fehling B (4.2). Παρατηρείται αν επέρχεται αλλαγή της χροιάς μετά από ζέση του μείγματος επί ένα λεπτό. Η καθίζηση θειϊκού ασβεστίου που συμβαίνει μερικές φορές δεν επηρεάζει τη μέθοδο.

6. Διατύπωση των αποτελεσμάτων

6.1. Ερμηνεία της δοκιμασίας ανιχνεύσεως

Αν παρατηρηθεί αλλαγή του χρώματος μετά τη ζέση (5), η δοκιμασία είναι θετική και επομένως υπάρχουν αναγωγικές ουσίες.

6.2. Ευαισθησία

Το όριο ανιχνεύσεως των αναγωγικών ουσιών είναι 100 mg γλυκόζης σε 100 g δείγματος.

6.3. Παρατηρήσεις

6.3.1. Τα αποτελέσματα δύο παράλληλων προσδιορισμών, που πραγματοποιήθηκαν συγχρόνως, υπό τις ίδιες συνθήκες, από το ίδιο άτυμο και με το ίδιο δείγμα, πρέπει να είναι ταυτόσημα.

6.3.2. Αν το δείγμα περιέχει 2% γλυκόζη, τότε αντιδρά όλο το αντιδραστήριο Fehling.

ΜΕΘΟΔΟΣ 12

Προσδιορισμός των πτητικών οξέων εντός του ορθοφωσφορικού οξέος (Ε338)

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Η μέθοδος επιτρέπει την ανίχνευση των πτητικών οξέων εντός του ορθοφωσφορικού οξέος (Ε338), εκφρασμένων σε οξικό οξύ.

2. Ορισμός

Με τη μέθοδο που περιγράφεται κατωτέρω προσδιορίζεται η περιεκτικότητα σε πτητικά οξέα, εκφρασμένων σε οξικό οξύ.

3. Αρχή

Διάλυση του δείγματος και απόσταξη του διαλύματος. Ογκομέτρηση του αποστάγματος με διάλυμα καυστικού νατρίου και υπολογισμός της οξύτητος εκφρασμένης σε οξικό οξύ.

4. Αντιδραστήρια

4.1. Διάλυμα 1% (m/v) φαινολοφθαλεΐνης σε αιθανόλη.

4.2. Καυστικό νάτριο 0,01 mol/l.

5. Συσκευές

5.1. Σφαιρική φιάλη αποστάξεως με ατμοπαγίδα.

6. Εκτέλεση του πειράματος

Ζυγίζονται 60 g δείγματος με προσέγγιση 50 mg και τοποθετούνται εντός σφαιρικής φιάλης αποστάξεως με ατμοπαγίδα (5.1) όπου προστίθενται 75 ml νερού που έχει προσφάτως υποστεί ζέση και στη συνέχεια έχει ψυχθεί, αναδύεται το διάλυμα και αποστάζονται 50 ml από αυτό. Στο απόσταγμα προστίθενται μερικές σταγόνες διαλύματος φαινολοφθαλεΐνης (4.1) και γίνεται ογκομέτρηση με διάλυμα καυστικού νατρίου 0,01 mol/l (4.2) μέχρις ότου η πρώτη κόκκινη χροιά διατηρηθεί επί 10 δευτερόλεπτα.

7. Διατύπωση των αποτελεσμάτων

7.1. Τύπος και τρόπος υπολογισμού

Η περιεκτικότητα σε πτητικά οξέα, εκφρασμένη σε mg/kg οξέος υπολογίζεται βάσει του τύπου :

$$\frac{600 \times V}{m_0}$$

όπου :

V = ο όγκος σε ml του διαλύματος καυστικού νατρίου 0,01 mol/l που χρησιμοποιήθηκε για την εξουδετέρωση.

m_0 = η μάζα σε γραμμάρια του δείγματος του ορθοφωσφορικού οξέος.

7.2. Επαναληπτικότητα

Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμών, που πραγματοποιούνται συγχρόνως, υπό τις ίδιες συνθήκες, από το ίδιο άτομο και με το ίδιο δείγμα, δεν πρέπει να υπερβαίνει το 1 mg για 100 g δείγματος.

ΜΕΘΟΔΟΣ 13

Ανίχνευση των νιτρικών αλάτων εντός του ορθοφωσφορικού οξέος (Ε338)

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Η παρούσα μέθοδος επιτρέπει την ανίχνευση των νιτρικών αλάτων εντός του ορθοφωσφορικού οξέος (Ε 338).

2. Ορισμός

Με τη μέθοδο που περιγράφεται κατωτέρω προσδιορίζεται το όριο ανιχνεύσεως των νιτρικών αλάτων εκφρασμένων σε νιτρικά άλατα νατρίου.

3. Αρχή

Σε όξινο περιβάλλον, που επιτυγχάνεται με πυκνό διάλυμα θειϊκού οξέος, προστίθεται στο δείγμα ινδικοκαρμίνιο. Αποχρωματισμός με οξείδωση, οφειλόμενη σε οξειδούμενες ουσίες και συγκεκριμένα στα νιτρικά άλατα.

4. Αντιδραστήρια

4.1. Διάλυμα ινδικοκαρμινίου περιεκτικότητος 0,18% (m/v) : διαλύονται 0,18 g ινδικού-διθειϊκού νατρίου εντός 100 ml νερού.

4.2. Διάλυμα 0,05% (m/v) χλωριούχου νατρίου.

4.3. Πυκνό θειϊκό οξύ (p_{20} = 1,84 g/ml).

5. Εκτέλεση του πειράματος

2 ml του προς ανάλυση δείγματος διαλύονται εντός διαλύματος χλωριούχου νατρίου (4.2) μέχρις όγκου 10 ml. Προστίθενται 0,1 ml διαλύματος ινδικοκαρμινίου (4.1) και 10 ml πυκνού θειϊκού οξέος (4.3) στάγδην και με σύγχρονη ψύξη. Να σημειωθεί αν η μπλε χροιά του διαλύματος διατηρείται επί 5 λεπτά.

6. Διατύπωση των αποτελεσμάτων

6.1. Ερμηνεία της δοκιμασίας ανιχνεύσεως

Αν η μπλε χροιά εξαφανισθεί εντελώς εντός 5 λεπτών, το πείραμα είναι θετικό και η περιεκτικότητα σε οξειδούμενες ουσίες, εκφρασμένες σε νιτρικά άλατα νατρίου, υπερβαίνει τα 5 mg/kg δείγματος.

6.2. Παρατηρήσεις

6.2.1. Να πραγματοποιηθεί μία τυφλή δοκιμασία των αντιδραστηρίων.

6.2.2. Τα αποτελέσματα των δύο παράλληλων προσδιορισμών που πραγματοποιούνται συγχρόνως, υπό τις ίδιες συνθήκες, από το ίδιο άτομο, επί του ιδίου δείγματος, πρέπει να είναι ταυτόσημα.

6.2.3. Το διάλυμα του ινδικοκαρμινίου δεν πρέπει να ετοιμαστεί πριν από 60 ημέρες.

6.2.4. Το θετικό αποτέλεσμα σημαίνει ότι το δείγμα μπορεί να περιέχει νιτρικά άλατα και άλλες οξειδούμενες ουσίες. Το πείραμα πρέπει να επαναληφθεί χρησιμοποιώντας τη μέθοδο ISO 3709 (1976) «φωσφορικό οξύ για βιομηχανική χρήση (περιλαμβανομένης και της βιομηχανίας τροφίμων) —ποσοτική ανάλυση του οξειδίου του αζώτου— φασματομετρική μέθοδος με ξυλενόλη 3,4».

ΜΕΘΟΔΟΣ 14

Προσδιορισμός των αδιαλύτων στο νερό ουσιών που εμφανίζονται εντός των ορθοφωσφορικών αλάτων : δισόξινο φωσφορικό νάτριο, μονόξινο φωσφορικό νάτριο, φωσφορικό νάτριο, δισόξινο φωσφορικό κάλιο, μονόξινο φωσφορικό κάλιο και φωσφορικό κάλιο (Ε339i, Ε 399ii, Ε 399iii, Ε 340i, Ε 340ii, Ε 340iii)

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Η μέθοδος επιτρέπει τον προσδιορισμό των αδιάλυτων στο νερό ουσιών που υπάρχουν στο :

— δισόξινο φωσφορικό νάτριο (Ε 399i),
— μονόξινο φωσφορικό νάτριο (Ε 399ii),
— φωσφορικό νάτριο (Ε 399iii),
— δισόξινο φωσφορικό κάλιο (Ε 340i),
— μονόξινο φωσφορικό κάλιο (Ε 340ii),
— φωσφορικό κάλιο (Ε 340iii).

2. Ορισμός

Με τη μέθοδο που περιγράφεται κατωτέρω προσδιορίζεται η περιεκτικότητα σε αδιάλυτες στο νερό ουσίες.

3. Αρχή

Διάλυση του δείγματος στο νερό και διήθηση των αδιάλυτων ουσιών, Ξήρανση του υπολείμματος που εκφράζεται σε αδιάλυτες στο νερό ουσίες.

4. Συσκευές

4.1. Ηθμός εκ πορώδους πορσελάνες G3 ή ισοδυνάμου μεγέθους πόρων.

4.2. Ξηραντήρας με Silica gel (SiO_2), σε άνυδρη κατάσταση ή με άλλο αντίστοιχο υγροσκοπικό μέσο και εφοδιασμένος με δείκτη υγρασίας.

4.3. Ηλεκτρικός κλίβανος, ρυθμισμένος στους 103 ± 2° C.

4.4. Ποτήρι των 400 ml από πολυπροπυλένιο.

4.5. Ζέον υδρόλουτρο.

5. Εκτέλεση του πειράματος

Διαλύονται 10 g δείγματος φωσφορικού άλατος, ζυγισμένα με προσέγγιση 10 mg, εντός 100 ml ζεστού νερού σε ποτήρι από πολυπροπυλένιο (4.4) και διατηρείται εντός του ζέοντος υδρόλουτρου (4.5) επί 15 λεπτά. Το διάλυμα διηθείται μέσω του ηθμού (4.1) που έχει προηγουμένως υποστεί έκπλυση, ξήρανση και ζύγιση. Το αδιάλυτο υπόλειμμα υφίσταται έκλουση με ζεστό νερό και ξηραίνεται εντός του κλιβάνου (4.3) στους 103 ± 2° C. Μετά από πλήρη ξήρανση, που διαρκεί δύο ώρες, αφήνεται να ψυχθεί εντός του ξηραντήρα και ζυγίζεται. Η ξήρανση θεωρείται πλήρης όταν η διαφορά μεταξύ δύο διαδοχικών ζυγίσεων δεν υπερβαίνει τα 0,5 mg. Υποθέτοντας μια πιθανή αύξηση της μάζας, για τον υπολογισμό θα ληφθεί υπόψη ο μικρότερος αριθμός που θα καταγραφεί.

6. Διατύπωση των αποτελεσμάτων

6.1. Τύπος και τρόπος υπολογισμού

Η περιεκτικότητα του δείγματος σε αδιάλυτες στο νερό ουσίες υπολογίζεται βάσει του κατωτέρω τύπου:

$$\frac{m_1}{m_0} \times 100$$

όπου:

m_1 = η μάζα σε γραμμάρια του δείγματος μετά την ξήρανση.

m_0 = η μάζα σε γραμμάρια του δείγματος.

6.2. Επαναληπτικότητα

Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμών, που πραγματοποιούνται συγχρόνως, υπό τις ίδιες συνθήκες, από το ίδιο άτομο και με το ίδιο δείγμα, δεν πρέπει να υπερβαίνει τα 10 mg για 100 g δείγματος.

ΜΕΘΟΔΟΣ 15

Προσδιορισμός του ph των προσθέτων στα τρόφιμα υλών

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Η μέθοδος αναφέρει σε γενικές γραμμές τον προσδιορισμό του ph των προσθέτων στα τρόφιμα υλών.

2. Ορισμός

Με τη μέθοδο που περιγράφεται κατωτέρω προσδιορίζεται το pH της προσθέτου ύλης.

3. Αρχή

Το pH υδατικού διαλύματος ή υδατικής αραίωσης προσδιορίζεται συμβατικά με ένα γυάλινο ηλεκτρόδιο, ένα ηλεκτρόδιο αναφοράς και ένα πεχάμετρο.

4. Αντιδραστήρια

4.1.1. Ρυθμιστικό διάλυμα, με pH 6,88 στους 20° C, αποτελούμενο από ίσους όγκους δισόξινου φωσφορικού καλίου (KH_2PO_4) 0,055 mol/l και ένυδρου μονόξινου φωσφορικού νατρίου (Na_2HPO_4 $2H_2O$) 0,05 mol/l.

4.1.2. Ρυθμιστικό διάλυμα με pH4 στους 20° C, αποτελούμενο από φθαλικό κάλιο ($C_8H_4KO_5$), 0,05 mol/l.

4.1.3. Ρυθμιστικό διάλυμα με pH 9,22 στους 20° C, αποτελούμενο από βορικό νάτριο ($Na_2B_4O_7$ $10H_2O$) mol/l.

4.2. Διάλυμα χλωριούχου καλίου (KCl) 3 mol/l ή κορεσμένο διάλυμα χλωριούχου καλίου για την πλήρωση των ηλεκτροδίων αναφοράς ή κάθε άλλο κατάλληλο διάλυμα που υποδεικνύει ο κατασκευαστής των ηλεκτροδίων.

4.3. Αποσταγμένο νερό, απαλλαγμένο διοξειδίου του άνθρακος, με pH 5 και 6.

5. Συσκευές

5.1. Πεχάμετρο με ακρίβεια 0,01 μονάδων pH.

5.2. Ηλεκτρόδιο, είτε σειρά γυάλινων ηλεκτροδίων συνδεδεμένων μεταξύ τους, είτε μονοδικό γυάλινο ηλεκτρόδιο και ηλεκτρόδιο αναφοράς με κατάλληλες λαβίδες.

5.3. Μαγνητικός αναδευτήρας εφοδιασμένος με διάταξη θερμάνσεως.

5.4. Θερμόμετρο, βαθμολογημένο από 0° μέχρι 100° C.

6. Εκτέλεση του πειράματος

6.1. Ρύθμιση του πεχαμέτρου

Τα γυάλινα ηλεκτρόδια συναρμολογούνται σύμφωνα με τις υποδείξεις του κατασκευαστού. Η ρύθμιση των γυάλινων ηλεκτροδίων ελέγχεται τακτικά επί της κλίμακος του πεχαμέτρου μέσω ρυθμιστικών διαλυμάτων των οποίων το ακριβές pH είναι γνωστό.

Τα ηλεκτρόδια εκπλύνονται με νερό και σκουπίζονται προσεκτικά με μαλακό ύφασμα ή ακόμα καλύτερα, εκπλύνονται με νερό και στη συνέχεια εκπλύνονται επί δύο συνεχόμενες φορές με το προς μέτρηση διάλυμα ή το ρυθμιστικό διάλυμα και τοποθετούνται εντός του προς μέτρηση διαλύματος ή του ρυθμιστικού διαλύματος.

Αν το προς μέτρηση διάλυμα έχει όξινο pH, χρησιμοποιούνται για τον έλεγχο του pH τα ρυθμιστικά διαλύματα με pH 4 (4.1.2) και με pH 6,88 (4.1.1.).

Αν το προς μέτρηση διάλυμα έχει βασικό pH, χρησιμοποιούνται για τον έλεγχο του pH τα ρυθμιστικά διαλύματα με pH 9,22 (4.1.3) και με 6,88 (4.1.1.).

6.2. Προσδιορισμός του προς μέτρηση διαλύματος

Η συγκέντρωση του προς μέτρηση διαλύματος ή η παρασκευή του διαλύματος που θα ληφθεί υπόψη πρέπει να είναι σύμφωνες με την κοινοτική οδηγία που αφορά τις πρόσθετες στα τρόφιμα ύλες.

Το προς μέτρηση διάλυμα παρασκευάζεται με το αποσταγμένο νερό (4.3) στους 20° C με συνεχή ανάδευση. Παύει η ανάδευση και τα γυάλινα ηλεκτρόδια (5.2) τοποθετούνται εντός του διαλύματος. Μετά από δύο λεπτά το pH αναγιγνώσκεται επί του πεχαμέτρου (5.1).

7. Διατύπωση των αποτελεσμάτων

7.1. Επαναληπτικότητα

Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμών που πραγματοποιούνται συγχρόνως, υπό τις ίδιες συνθήκες, από το ίδιο άτομο και με το ίδιο δείγμα, δεν πρέπει να υπερβαίνει τις 0,05 μονάδες pH.

8. Παρατηρήσεις

Η μέθοδος αυτή εφαρμόζεται μόνο για τα κριτήρια του pH που ελήφθησαν υπόψη στις κοινοτικές οδηγίες των προσθέτων στα τρόφιμα υλών όπου οι πρόσθετες ύλες διαλύονται με νερό ή αποτελούν υδατικά διαλύματα.

Συνεδρίαση 23.4.1985

Ο Πρόεδρος — Ο Γραμματέας

Στελ. Χατζηγιαννακός — Χαρ. Χαμαλίδης

Τα Μέλη

Ζωή Ξενάκη-Βαρλά, Π. Κώττης, Χρ. Τσεκούρας, Ευαγγ. Τσιγαρίδας, Ανδρ. Καφετζόπουλος, Διον. Φραγκάτος

Εγκρίνουμε την παραπάνω απόφαση του Ανωτάτου Χημικού Συμβουλίου καθώς και τη δημοσίευσή της στην Εφημερίδα της Κυβερνήσεως και ορίζουμε ότι θα αρχίσει η ισχύς της από την ημέρα που θα δημοσιευθεί.

Αθήνα, 30 Δεκεμβρίου 1985

ΟΙ ΥΠΟΥΡΓΟΙ

ΥΦ)ΓΟΣ ΕΘΝ. ΟΙΚΟΝΟΜΙΑΣ — ΟΙΚΟΝΟΜΙΚΩΝ

ΓΙΑΝΝΟΣ ΠΑΠΑΝΤΩΝΙΟΥ — **ΔΗΜ. ΤΣΟΒΟΛΑΣ**

ΕΜΠΟΡΙΟΥ

ΝΙΚΟΛΑΟΣ ΑΚΡΙΤΙΔΗΣ

ΑΠΟ ΤΟ ΕΘΝΙΚΟ ΤΥΠΟΓΡΑΦΕΙΟ